





Process for producing water glass foams from aerosol containers

Patent number: DE3244523
Publication date: 1984-06-07
Inventor: KLUTH HERMANN [DE]; ROEDERHOFF BERNHARD [DE]; FRIEDEMANN WOLFGANG DR [DE]; WEGNER JUERGEN DR [DE]; DIERICHS WOLFGANG DR [DE]
Applicant: HENKEL KGAA [DE]
Classification:
- **international:** C04B43/00; C04B15/02; C04B31/02; E04B1/76; C09K3/30; B01J13/02
- **european:** C04B24/00F; C04B24/12; C04B24/16; C04B24/32; C04B40/06D2; C09K3/30
Application number: DE19823244523 19821202
Priority number(s): DE19823244523 19821202

Also published as:

 EP0110328 (A2)
 US4533490 (A1)
 EP0110328 (A3)
 EP0110328 (B1)

Abstract not available for DE3244523

Abstract of corresponding document: **US4533490**

A process for producing in situ foams based on alkali metal silicates characterized in that an aqueous alkali metal silicate solution on the one hand and a hardener solution on the other hand are accommodated in separate pressurized containers A and B, prior to use the hardener solution in container B is added to and mixed with the silicate solution in container A in the presence of a suitable emulsifier for foam formation and a propellant gas liquid under high pressure between 0 DEG and 50 DEG C., and, on actuation of the discharge valve of container A, an alkali metal silicate foam is discharged. The alkali metal silicate foams formed are distinguished by non-inflammability, high temperature stability and good heat-insulating properties and are used as a filling, construction and insulating material or the like in the building industry.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

BEST AVAILABLE COPY

THIS PAGE BLANK "ISOT"

19 BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

us 4533 490
02
Offenlegungsschrift
DE 3244523 A1

21 Aktenzeichen: P 32 44 523.7
22 Anmeldetag: 2. 12. 82
43 Offenlegungstag: 7. 6. 84

51 Int. Cl. 3:
C 04 B 43/00
C 04 B 15/02
C 04 B 31/02
E 04 B 1/76
C 09 K 3/30
B 01 J 13/02

DE 3244523 A1

71 Anmelder:
Henkel KGaA, 4000 Düsseldorf, DE

72 Erfinder:
Kluth, Hermann; Röderhoff, Bernhard, 4000
Düsseldorf, DE; Friedemann, Wolfgang, Dr., 4040
Neuss, DE; Wegner, Jürgen, Dr.; Dierichs,
Wolfgang, Dr., 4000 Düsseldorf, DE

Behördeneigentlich

54 Verfahren zur Herstellung von Wasserglasschaumstoffen aus Aerosoldosen

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Erzeugung von Schäumen auf der Basis von Alkalimetallsilikaten, das dadurch gekennzeichnet ist, daß eine wäßrige Alkalisilikatlösung einerseits und eine Härterlösung andererseits in separaten Druckbehältern A und B vorliegen, die Härterlösung in Behälter B durch Betätigen eines Ventils der Silikatlösung in Behälter A zugesetzt und mit ihr vermischt wird und zur Schaumerzeugung bei Betätigen des Entnahmeventils ein unter erhöhtem Druck im Bereich von 0 bis 50°C flüssiges Treibgas in Kombination mit einem geeigneten Emulgator verwendet wird. Die gebildeten Alkalimetallsilikatschäume zeichnen sich durch Unbrennbarkeit, hohe Temperaturstabilität und gute Wärmedämmfähigkeit aus und finden Verwendung als Füll-, Dämm-, Konstruktions-, Isolations-Material od. dgl. im Bauwesen.

DE 3244523 A1

ORIGINAL INSPECTED

Patentansprüche

- 05 1. Verfahren zur Erzeugung von Ortsschäumen auf der Basis von Alkalimetallsilikaten, dadurch gekennzeichnet, daß eine wässrige Alkalisilikatlösung einerseits und eine Härterlösung andererseits in separaten Druckbehältern A und B vorliegen, die Härterlösung in Behälter B durch Betätigen eines Ventils der Silikatlösung in Behälter A zugesetzt und mit ihr vermischt wird, und zur Schaumerzeugung bei Betätigen des Entnahmeventils ein unter erhöhtem Druck im Bereich von 0 bis 50°C flüssiges Treibgas in Kombination mit einem geeigneten Emulgator verwendet wird.
- 15 2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß in einem Druckbehälter A eine flüssige Wasserglaslösung oder ein Gemisch von 50 bis 97 Gew.-%, vorzugsweise 80 bis 95 Gew.-%, wässriger Alkalisilikatlösung und 50 bis 3 Gew.-%, vorzugsweise 5 bis 20 Gew.-%, verflüssigtes Treibmittel enthalten ist.
- 20 3. Verfahren nach Ansprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß als Alkalisilikatlösung vorzugsweise Natriumsilikat- und/oder Kaliumsilikatlösungen verwendet werden.
- 25 4. Verfahren nach Ansprüchen 1 - 3, dadurch gekennzeichnet, daß in der Alkalisilikatlösung das Molverhältnis von $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ 2 bis 4 : 1, vorzugsweise 2,5 bis 3,5 : 1 bzw. das Molverhältnis $\text{SiO}_2/\text{K}_2\text{O}$ 2,8 bis 4 : 1, vorzugsweise 3,2 bis 3,5 : 1 beträgt.
- 30 5. Verfahren nach Ansprüchen 1 - 4, dadurch gekennzeichnet, daß der Gesamtfeststoffgehalt der Alkalisilikatlösung 25 bis 50 Gew.-% beträgt und die Lösung
- 35

bei 20°C eine Dichte von 1,25 bis 1,60 g/cm³ sowie eine Viskosität von 10 bis 5000 mPa.s, vorzugsweise 50 bis 1000 mPa.s aufweist.

- 05 6. Verfahren nach Ansprüchen 1 - 5, dadurch gekennzeichnet, daß die Alkalisilikatlösung ggfls. Zusätze an quaternären Ammoniumverbindungen, Boraten und/oder Kunstharzen sowie alkaliverträgliche organische und/oder anorganische Verbindungen zur Verbesserung
- 10 der mechanischen Festigkeit der Schäume gelöst, emulgiert und/oder dispergiert enthält.
7. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Härterkomponente im Druckbehälter B bei Über-
- 15 druck gegenüber dem Behälter A enthalten ist.
8. Verfahren nach Ansprüchen 1 und 7, dadurch gekennzeichnet, daß als Härter an sich übliche anorganische und/oder organische Gelierungsmittel verwendet werden.
- 20 9. Verfahren nach Ansprüchen 1, 7 und 8, dadurch gekennzeichnet, daß als Härter vorzugsweise Carbonsäureester, insbesondere Glycerintrisessigsäureester eingesetzt werden.
- 25 10. Verfahren nach Ansprüchen 1, 7 und 8, dadurch gekennzeichnet, daß Gemische von Carbonsäureestern, vorzugsweise Glycerintrisessigsäureester, mit Oxiden oder Salzen mehrwertiger Kationen, vorzugsweise Zn, Mg, Ca,
- 30 verwendet werden.
11. Verfahren nach Ansprüchen 1 und 7 - 10, dadurch gekennzeichnet, daß anorganische bzw. organische Härter ggfls. in mikroverkapselter Form eingesetzt werden.
- 35

BAD ORIGINAL

12. Verfahren nach Ansprüchen 1 und 7 - 11, dadurch gekennzeichnet, daß die Härterkomponente mit einem bei über 0°C, bevorzugt bei Raumtemperatur gasförmigen Treibmittel oder Treibmittelgemisch allein oder in Kombination mit einem bei 0 bis 50°C, bevorzugt bei Raumtemperatur, unter erhöhtem Druck verflüssigten Treibmittel beaufschlagt ist.
13. Verfahren nach Ansprüchen 1 und 7 - 12, dadurch gekennzeichnet, daß das gasförmige Treibmittel bzw. Treibmittelgemisch ein Inertgas oder inertes Gasgemisch ist.
14. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß im Druckbehälter A ein hydrolyse- und alkalibeständiges Treibmittel eingesetzt wird.
15. Verfahren nach Ansprüchen 1 und 14, dadurch gekennzeichnet, daß als Treibmittel Dichlordifluormethan verwendet wird.
16. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die zur Schaumerzeugung notwendigen Emulgatoren in Druckbehälter A und/oder Druckbehälter B enthalten sind.
17. Verfahren nach Ansprüchen 1 und 16, dadurch gekennzeichnet, daß als Emulgatoren an sich bekannte nicht-ionogene, anionaktive, kationaktive und/oder amphotere Tenside eingesetzt werden.
18. Verfahren nach Ansprüchen 1, 16 und 17, dadurch gekennzeichnet, daß der Emulgator im Gemisch mit der Alkalisilikatlösung vorliegt.

19. Verfahren nach Ansprüchen 1, 16 und 17, dadurch gekennzeichnet, daß die Emulgatoren mit der Härterkomponente gemischt eingesetzt werden.

05 20. Verfahren nach Ansprüchen 1 und 16 - 19, dadurch gekennzeichnet, daß als Emulgatoren Addukte von Fettalkoholen an Ethylenoxid, bevorzugt Addukte von Oleyl-Cetyl-Alkohol an 2 bis 5 Mol Ethylenoxid, Ammoniumsalze mit einem oder zwei linearen Alkylresten mit 12
10 - 17 C-Atomen, bevorzugt Distearyl dimethylammoniumchlorid, Lauryltrimethylammoniumchlorid oder Laurylpyridiniumchlorid, sowie Monoester der Sulfobernsteinsäure mit Talgfettsäuremonoethanolamid verwendet werden.

15 21. Verwendung von Schäumen auf der Basis von Alkalimetallsilikaten nach Ansprüchen 1 - 20 als Füll-, Dämm-, Konstruktions- und/oder Isolationsmaterial im Bauwesen.

20

25

30

35

BAD ORIGINAL

Verfahren zur Herstellung von Wasserglas-
schaumstoffen aus Aerosoldosen

05

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Schäumen auf der Basis von Alkalimetallsilikaten durch Mischen der ursprünglich in zwei getrennten Druckbehältern vorliegenden, den Schaum bildenden Komponenten und Austreiben des Wasserglasschaums mit Hilfe eines bei Raumtemperatur unter Druck verflüssigten Treibgases.

10

In der Patentliteratur werden eine Reihe von Verfahren sowie verschiedene Treibmittel und diverse Härtungssysteme zur Herstellung von Wasserglasschäumen beschrieben. Hierbei sind zwei grundsätzlich verschiedene Verfahrensgänge zu unterscheiden: Einerseits die chemische Schäumung, bei der das Treibmittel z.B. durch die Zersetzung von Peroxiden, bevorzugt H_2O_2 , durch Metallpulver oder andere Reduktionsmittel (DE-OS 22 27 640) oder durch die Zersetzung von Carbiden in wässriger Lösung (DE-OS 22 26 841) gebildet wird; andererseits die physikalische Schäumung, bei der die Schaumbildung durch Einblasen von Gasen, z.B. Luft (DE-OS 20 39 736), oder Erhitzen (DE-OS 29 48 778) erfolgt.

20

25

30

35

Beide Verfahrensgänge erfordern aufwendige Maschinen für die Dosierung und Durchmischung mehrerer Komponenten (Wasserglaslösung, Härter, Treibmittel). Sie eignen sich zwar zur Herstellung von Erzeugnissen aus Silikatschäumen im industriellen Maßstab, sind jedoch zur einfachen Erzeugung von Silikatschäumen vor Ort, d.h. z.B. im Bauwesen auf der Baustelle, wenig geeig-

net. Gerade hier wären jedoch Silikatschäume wegen ihrer unbestrittenen Vorteile gegenüber organischen Polymermaterialien (bessere Temperaturbeständigkeit ohne Abgabe von giftigen Gasen oder Rauch, Unbrennbarkeit, bessere Verarbeitbarkeit bei gleichen Isolations- und Konstruktionseigenschaften) vorteilhaft einsetzbar. Insbesondere ist eine Methode zur einfachen Erzeugung von Ortsschäumen bisher nicht bekannt.

10

Die vorliegende Erfindung schafft hier Abhilfe.

15

20

Demgemäß bezieht sie sich auf ein Verfahren zur Erzeugung von Schäumen auf der Basis von Alkalimetallsilikaten, das dadurch gekennzeichnet ist, daß eine wässrige Alkalisilikatlösung einerseits und eine Härterlösung andererseits in separaten Druckbehältern A und B vorliegen, die Härterlösung in Behälter B durch Betätigen eines Ventils der Silikatlösung in Behälter A zugeführt und mit ihr vermischt wird und zur Schaumerzeugung bei Betätigen des Entnahmeventils ein unter erhöhtem Druck im Bereich von 0 bis 50°C flüssiges Treibgas in Kombination mit einem geeigneten Emulgator verwendet wird.

25

30

Der erfindungsgemäße Gedanke besteht darin, ein zwischen 0 und 50°C, bevorzugt bei Raumtemperatur, unter Druck verflüssigtes Gas in einer wässrigen Wasserglaslösung in einem Aerosolbehälter A zu emulgieren und zur Auslösung der Härtung die Härterkomponente, die in einem gesonderten Behälter B enthalten ist, durch Überdruck in den Behälter A zu drücken.

35

Als Behälter B kann ebenfalls eine Aerosoldose oder aber ein spezieller Kunststoffbehälter dienen; er kann ferner entsprechend der EP-A 0 042 128 als Innenbehälter in der Aerosoldose A untergebracht sein.

BAD ORIGINAL

Hierbei wird der Härter durch Eindrehen einer Spindel oder Betätigen eines speziellen Ventils in den Behälter A überführt. Nachdem durch Schütteln des gesamten Gebindes Wasserglaslösung, Treibmittel und Härter emulgiert sind, wird durch Betätigen des Aerosolventils die physikalische Verschäumung durch Verdampfen des als Treibmittel fungierenden verflüssigten Gases eingeleitet. Gleichzeitig führt die verzögert einsetzende Härtung zu einer Verfestigung des Schaumgerüsts. Durch physikalische Abbindung (Wasserabgabe) erlangt der Schaum seine Endfestigkeit.

Für die Herstellung der Wasserglasschäume werden vorzugsweise Natriumsilikat- und/oder Kaliumsilikatlösungen verwendet.

In dem erfindungsgemäßen Verfahren werden Alkalisilikatlösungen eingesetzt, in denen das Molverhältnis $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ 2 bis 4 : 1, vorzugsweise 2,5 bis 3,5 : 1, bzw. das Molverhältnis $\text{SiO}_2/\text{K}_2\text{O}$ 2,8 bis 4 : 1, vorzugsweise 3,2 bis 3,5 : 1 beträgt. Dabei beträgt der Gesamtfeststoffgehalt der Lösung 27 bis 50 Gew.-%, so daß die Lösung bei 20°C eine Dichte von 1,25 bis 1,60 g/cm³ sowie eine Viskosität von 10 bis 5000 mPa.s vorzugsweise von 50 bis 1000 mPa.s aufweist. Zur Verbesserung der mechanischen Festigkeit der gebildeten Schäume können den Alkalisilikatlösungen ggfls. quaternäre Ammoniumverbindungen, Borate und/oder Kunstharze sowie alkaliverträgliche organische und/oder anorganische Verbindungen zugesetzt werden. Bevorzugt werden im Handel erhältliche Kunstharzdispersionen, wie z.B. Styrol-Acrylsäureester-Dispersionen, Styrol-Butadien-Dispersionen oder Vinylacetat enthaltende Polymere.

Erfindungsgemäß verwendbare Härter können sowohl organischer als auch anorganischer, flüssiger bzw. gasförmiger Natur sein. Zu den verwendbaren organischen Härtern zählen insbesondere unter Einwirkung von Alkali säureabspaltende Ester wie z.B. Glyzerintriacetat. Auch die Dimethylester der Oxalsäure, Bernsteinsäure, Glutarsäure und Adipinsäure sind als Härter verwendbar, ergeben jedoch Wasserglasschäume geringerer Festigkeit. Im Gemisch mit Glyzerintriacetat können sie zur Regulierung der Topfzeit, d.h. der Zeitspanne von der Zugabe des Härters zur Silikatlösung bis zur Verhärtung, eingesetzt werden. Zusätzlich können den Carbonsäureestern Oxide oder Salze mehrwertiger Kationen, z.B. Zink, Magnesium oder Calcium zugemischt werden; beispielsweise wird Zinkoxid verwendet.

Grundsätzlich ist es auch möglich, die Härterkomponente in mikroverkapselter Form in die Alkalisilikatlösung einzubringen. Alkalilösliche bzw. im Treibmittel lösliche Mikrokapseln gewährleisten eine Freisetzung der Härterkomponente bei erfindungsgemäßer Verwendung.

In der bevorzugten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung ist jedoch die Härterkomponente in einem der beiden Druckbehälter, z.B. einer Aerosoldose, enthalten. Das Zusetzen zur Alkalisilikatlösung erfolgt mit einem bei über 0°C, bevorzugt bei Raumtemperatur gasförmigen Treibmittel bzw. Treibmittelgemisch, beispielsweise Stickstoff oder Kohlendioxid. Zusätzlich kann diese Härter-/Treibmittel-Kombination mit einem bei 0°C bis 50°C, bevorzugt bei Raumtemperatur unter erhöhtem Druck verflüssigten Treibmittel gemischt werden.

BAD ORIGINAL

- 05 Zum Ausbringen der Alkalisilikat-Härter-Mischung aus dem Druckbehälter A bei der erfindungsgemäßen Verwendung der Wasserglasschäume wird ebenfalls ein Treibmittel eingesetzt. Dieses muß hydrolyse- und alkali- beständig sein. Es können dazu allgemein übliche Treibmittel, z.B. Dichlordifluormethan, Dimethylether, Propan-Butan sowie ggfls. Zusätze weiterer Treibmittel, z.B. Trichlorfluormethan, verwendet werden.
- 10 Für die erfindungsgemäße Ausführung des Verfahrens ist es besonders wichtig, das Treibmittel und den Härter in der wässrigen Phase gleichmässig zu verteilen bzw. zu emulgieren. Hierfür müssen dem Wasserglas-Treibmittel-Härter-Gemisch spezielle Emulgatoren zugesetzt
- 15 werden. Geeignet sind solche Emulgatoren, die alkali- stabil sind und beim Vermischen mit Wasserglas keine Viskositäts-erhöhung desselben bzw. keine Ausfällungen im Wasserglas (Gelbildung) bewirken. Beim Schütteln der Aerosoldose, bei dem die Wasserglaslösung mit den
- 20 anderen Komponenten vermischt wird, soll eine Emulsion gebildet werden. Dabei darf kein Eindicken erfolgen. Die zur Schaumerzeugung notwendigen Emulgatoren können gemäss der Erfindung in Druckbehälter A und/oder in Druckbehälter B enthalten sein. Voraussetzung dafür
- 25 ist, daß sie mit der Alkalisilikatlösung, dem Härter und dem Treibgas verträglich sind und keine Ausfällungen im Alkalisilikat-System verursachen.
- 30 Als Emulgatoren werden an sich bekannte, nichtionogene, anionaktive, kationaktive und/oder amphotere Tenside eingesetzt. Bevorzugt verwendete Emulgatoren sind Addukte von Fettalkoholen an Ethylenoxid, z.B. von Oleyl-Cetyl-Alkohol an 2 bis 5 Mol Etylenoxid, Ammoniumsalze mit einem oder zwei linearen Alkylresten
- 35 mit 12 bis 17 C-Atomen wie Distearyl-dimethylammonium-

chlorid oder Lauryltrimethylammoniumchlorid, sowie Monoester der Sulfobernsteinsäure mit Talgfettsäuremonoethanolamid.

- 05 Die nach dem erfindungsgemäßen Verfahren erhaltenen Silikatschaumstoffe zeichnen sich nach Erhärten durch eine hohe Thermostabilität (bis 300°C) aus. Nach DIN 4102 sind sie in die Baustoffklasse A 2 (nichtbrennbare Baustoffe) einzuordnen. Die Wärmeleitfähigkeit
- 10 verschiedener bei Raumtemperatur ausgehärteter, lufttrockener Silikatschaumstoffe betrug je nach Schaumroh-dichte und Feuchtigkeitsgehalt 0,043 bis 0,068 w/m . K.

- 15 Das erfindungsgemäße Verfahren wird durch die nachfolgenden Beispiele erläutert.

A. Beschreibung des Verfahrens

- 20 Wasserglaslösung, Emulgator, Treibmittel und ggfls. weitere erfindungsgemäße Zusätze wurden in eine Aerosoldose eingefüllt und ergaben die Komponente A.

- 25 In eine zweite Aerosoldose wurde der Härter und ggfls. erfindungsgemäße Zusätze eingefüllt und mit Stickstoff auf einen Druck von ca 10 bar eingestellt (Komponente B).

- 30 Nach Injektion der Härterkomponente B in die Komponente A wurde ca 1 min. von Hand geschüttelt und das Reaktionsgemisch so homogenisiert. Unmittelbar nach dem Schütteln bis zur gerade einsetzenden Härtung (Topfzeit) konnte das Reaktionsgemisch über einen Ventilhebel aus der Aerosoldose ausgeschäumt werden.

35

BAD ORIGINAL

Die Zusammensetzung der erfindungsgemäßen Komponentenmischungen sowie die erhaltenen Topfzeiten und Rohdichten lassen sich den nachfolgenden Beispielen entnehmen.

05

Folgende Emulgatoren wurden in dem erfindungsgemäßen Verfahren eingesetzt:

Emulgin O 2	Oleyl-Cetylalkohol + 2 Mol EO
Emulgin O 5	Oleyl-Cetylalkohol + 5 Mol EO
10 Elfanol 510	Sulfobernsteinsäuremonoester + Talgfettsäuremonoethanolamid
Dehyquart C	Laurylpyridiniumchlorid
Dehyquart DAM	Distearyldimethylammoniumchlorid
Dehyquart LT	Lauryltrimethylammoniumchlorid.

15

B. Beurteilungskriterien

1. Schaumbildung

Bildete sich bei der Produktentnahme aus der Aerosoldose kein oder nur wenig Schaum, wurde die Schaumbildung mit "-" bewertet, bei befriedigender bis sehr guter Schaumbildung wurde mit "+" bewertet.

20

2. Schaumstabilität

Der Begriff Schaumstabilität kennzeichnet das mögliche Zerfallen des frischen, unausgehärteten Schaumes. Sie ist als die Zeitspanne definiert, innerhalb der kein merkliches Zerfallen des Schaumes beobachtet werden konnte (d.h. ≥ 10 % Volumenabnahme).

25

30 Schaumstabilität	Bewertung
< 5 Minuten	-
> 5 < 15 Minuten	+
> 15 < 30 Minuten	++
> 30 Minuten	+++

35

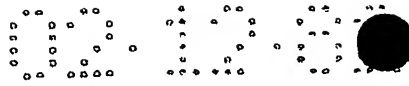
3. Schaumstruktur

Die Schaumstruktur nach Erhärtung und Trocknung des Schaumes (ca. 3 Tage bei $25 \pm 5^\circ\text{C}$) wurde visuell beurteilt. Mit "+" wurde eine feinzellige Schaumstruktur, mit "o" eine gröbere und/oder ungleichmässige, mit "-" eine sehr grobzellige und für technische Zwecke unbrauchbare Schaumstruktur gekennzeichnet.

C. Beispiele

Die Zusammensetzung der einzelnen Komponenten in den nachfolgenden Tabellen wird in g angegeben.

BAD ORIGINAL



3244523

Patentanmeldung

D 6546

- 2-113.

HENKEL KGaA
ZR-FE/Patente

	Beispiel	1	2 ^a	3	4	5	6
	<hr/>						
	Komponente A						
	Natriumwasserglas-						
05	lösung 37/40	400,0	425,0	482,5	472,5	447,5	422,5
	Emulgin 02		2,5				
	Emulgin 05	5,0	5,0	2,5	2,5	2,5	2,5
	Dichlordi-						
	fluormethan	95,0	57,5	15,0	25,0	50,0	75,0
10	<hr/>						
	Komponente B						
	Glyzerintri-						
	acetat	30,0	32,0	36,0	35,0	33,0	32,0
	Stickstoff	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2
15	Kohlendioxid	-	-	-	-	-	-
	<hr/>						
	Topfzeit bei						
	20°C, Min.	30	30	25	25	25	30
	<hr/>						
20	Rohdichte des						
	lufttrockenen						
	Schaums						
	(kg/m³)	52	50-60	154	131	62	47
25	<hr/>						
	a) Komponente A enthält zusätzlich 10,0 g wässrige						
	Acrylharzlsöung (Plexitex ^R)						

30

35

00-13-002

3244523

Patentanmeldung D 6546

- 10 - 14

HENKEL KGaA
ZR-FE/Patente

Beispiel 7 8 9 10 11 12

Komponente A

Natriumwasserglas-

lösung 37/40 397,5 347,5 249,0 400 400 400

05 Emulgin 02

Emulgin 05 2,5 2,5 2,0 10 10 10

Dichlordi-

fluormethan 100,0 150,0 249,0 90 90 90

10 Komponente B

Glyzerintri-

acetat 30,0 26,0 18,7 30 30 30

Stickstoff 1,2 1,2 1,2 1,2 1,0

Kohlendioxid - - - - 1,2 2,2

15

Topfzeit bei

20°C, Min. 30 30 30 ca 30 ca25 ca20

Rohdichte des

20

lufttrockenen

Schaums

(kg/m³) 52 75 93 48-50 51-74 46-89

25

30

35

BAD ORIGINAL

	Beispiel	13	14	15	16	17
	<hr/>					
	Komponente A					
	Natriumwasserglas-					
05	lösung 50/52	400	400	400	-	-
	dto. 48/50 (HF)	-	-	-	400	400
	dto. 37/40	-	-	-	-	-
	Emulgin 02					
	Emulgin 05	10	10	10	10	10
10	Dichlordi-					
	fluormethan	90	90	90	90	90
	a) ¹⁾					
	b) ²⁾					
	c) ³⁾					
15	<hr/>					
	Komponente B					
	Glycerintri-					
	acetat	30	26,6	23,8	26,6	23,8
	Oxalsäuredi-					
20	methylester	-	3,4	6,2	3,4	6,2
	Zinkoxid					
	Stickstoff	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2
	<hr/>					
25	Topfzeit bei					
	20°C, Min. (724h)		420	300	180	90
	<hr/>					
	Rohdichte des					
	lufttrockenen					
	Schaums,					
30	(kg/m³)	-	55	63	280	40
	<hr/>					
	1) Acronal 290 D ^R (Styrol-Acrylsäureester-Dispersion)					
	2) Synthomer 6210 ^R (Styrol-Butadien-Dispersion)					
	3) Vinnapas LL-521-1 ^R (Vinylacetat-Copolymer-Dis-					
35	persion)					

	Beispiel	18	19	20	21	22
		a/b				
	<hr/>					
	Komponente A					
05	Natriumwasserglas-					
	lösung 50/52	-	-	-	-	-
	dto. 48/50 (HF)	400				
	dto. 37/40	-	390/390	390	390	400
	Emulgin 02					5
10	Emulgin 05	10	10/10	10	10	5
	Dichlordi-					
	fluormethan	90	90/90	90	90	90
	a) ¹⁾		10/20			
	b) ²⁾			10		
15	c) ³⁾				10	
	<hr/>					
	Komponente B					
	Glycerintri-					
	acetat	21,6	29/28	29	29	30
20	Oxalsäuredi-					
	methylester	8,4				
	Zinkoxid					4
	Stickstoff	1,2	1,2/1,2	1,2	1,2	1,2
	<hr/>					
25	Topfzeit bei					
	20°C, Min.	10	35/35	30	35	25
	<hr/>					
	Rohdichte des					
	lufttrockenen					
30	Schaums,					
	(kg/m ³)	40	130/130	122	130	56
	<hr/>					
	1) Acronal 290 D ^R (Styrol-Acrylsäureester-Dispersion)					
	2) Synthomer 6210 ^R (Styrol-Butadien-Dispersion)					
35	3) Vinnapas LL-521-1 ^R (Vinylacetat-Copolymer-Dis-					
	persion)					

BAD ORIGINAL

	Beispiel	23	24	25	26	27	28
	<hr/>						
	Komponente A						
05	Natriumwasser- glaslösung						
	37/40	200	200	200	200	200	200
	Emulgin 02	5,0					
	Emulgin 05		2,0	5,0	5,0	5,0	5,0
10	Dichlordi- fluormethan	50	50	10	15	20	25
	a) 1)						
	b) 2)						
	c) 3)						
	d) 4)						
15	e) 5)						
	<hr/>						
	Komponente B						
	Glycerintri- acetat	15,0	15,0	15,0	15,0	15,0	15,0
20	Stickstoff	(f)	(f)	(f)	(f)	(f)	(f)
	<hr/>						
	Topfzeit bei 25°C, Min.	20	20	20	20	20	20
	<hr/>						
25	Rohdichte des lufttrocke- nen Schaums (kg/m ³)	55	52	130	93	72	52
	<hr/>						
30	1) Chlorparaffin 40						
	2) Glycerin						
	3) Ethylenglykol						
	4) Acronal 290D ^R (Styrol-Acrylat-Dispersion)						
	5) Plexitex ^R (Acrylharzlösung)						
35	(f) Einstellung des Stickstoffdrucks im Behälter B auf 10 bar						

Patentanmeldung

D 6546

- 14 - 18.

HENKEL KGaA
ZR-FE/Patente

Beispiel	29	30	31	32	33	34
----------	----	----	----	----	----	----

Komponente A

Natriumwasser-
glaslösung

05	37/40	200	200	200	200	200	200
	Emulgin 02					1,2	1,2
	Emulgin 05	5,0	5,0	5,0	5,0	2,4	2,4
	Dichlordi- fluormethan	30	35	40	50	50	50
10	a) 1)						5,0
	b) 2)						
	c) 3)						
	d) 4)						
	e) 5)						

Komponente B

Glycerintri-
acetat

	15,0	15,0	15,0	15,0	15,0	15,0
Stickstoff	(f)	(f)	(f)	(f)	(f)	(f)

Topfzeit bei

25°C, Min.	20	20	20	20	20	25
------------	----	----	----	----	----	----

Rohdichte des
lufttrocke-
nen Schaums

(kg/m ³)	55	46	51	52	50	55
----------------------	----	----	----	----	----	----

Bemerkungen:

6) 7)

1) Chlorparaffin 40

2) Glycerin

3) Ethylenglykol

4) Acronal 290D^R (Styrol-Acrylat-Dispersion)5) Plexitex^R (Acrylharzlösung)

(f) Einstellung des Stickstoffdrucks im Behälter B
auf 10 bar

6) verbesserte Standfestigkeit in vertikalen Fugen

7) geringere Wasseraufnahme

BAD ORIGINAL

00.12.1979

3244523

Patentanmeldung

D 6546

- 15 - 119.

HENKEL KGaA
ZR-FE/Patente

Beispiel

35 36 37 38

Komponente A

Natriumwasser-
glaslösung

05	37/40	200	200	200	200
	Emulgin 02	1,2	1,2	1,2	1,2
	Emulgin 05	2,4	2,4	2,4	2,4

Dichlordi-

fluormethan

		50	50	50	50
--	--	----	----	----	----

10

a) ¹⁾

b) ²⁾

c) ³⁾

d) ⁴⁾

e) ⁵⁾

5,0

5,0

5,0

5,0

15

Komponente B

Glycerintri-

acetat

15,0	15,0	15,0	15,0
------	------	------	------

Stickstoff

(f)	(f)	(f)	(f)
-----	-----	-----	-----

20

Topfzeit bei

25°C, Min.

15	10	25	24
----	----	----	----

Rohdichte des

lufttrocke-

nen Schaums

(kg/m³)

ca.70	ca.90	ca.80	ca.50
-------	-------	-------	-------

25

Bemerkungen: höhere Festigkeit

verbessertes

Fließverhalten

30

1) Chlorparaffin 40

2) Glycerin

3) Ethylenglykol

4) Acronal 290D^R (Styrol-Acrylat-Dispersion)

35 5) Plexitex^R (Acrylharzlösung)

(f) Einstellung des Stickstoffdrucks im Behälter B
auf 10 bar

Beispiel	39	40	41	42	43	44
<hr/>						
Komponente A						
Wasserglas						
(Typbezeichnung)	HK30	37/40PE	40/42	43/45	47/48	48/50
Wasserglas						
(Einsatzmenge)	200	200	200	200	200	200
Im Wasserglas						
enth. Alkali-						
metall	Na	Na	Na	Na	Na	Na
Emulgin 05	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0
Dichlordi-						
fluormethan	50	50	50	50	50	50
<hr/>						
Komponente B						
Glycerintri-						
acetat	15,0	15,0	15,0	15,0	15,0	15,0
Stickstoff	(a)	(a)	(a)	(a)	(a)	(a)
<hr/>						
Topfzeit bei						
RT, Min.	20	40	30	45	760	760
<hr/>						
Rohdichte des						
lufttrockenen						
Schaums						
(kg/m ³)	ca.50	ca.120	ca.80	ca.120	ca.180	ca.230

(a) Einstellung des Stickstoffdrucks im Behälter B
auf 10 bar

BAD ORIGINAL

02.12.90

3244523

Patentanmeldung

D 6546

- 17 - 21.

HENKEL KGaA
ZR-FE/Patente

Beispiel	45	46	47	48	49
<hr/>					
Komponente A					
Wasserglas					
(Typbezeichng)	50/52	28/30	35	40/41	MörsilH
Wasserglas					
(Einsatzmenge)	200	200	200	200	200
Im Wasserglas					
enth. Alkali-					
metall	Na	K	K	K	K
Emulgin 05	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0
Dichlordi-					
fluormethan	50	50	50	50	50
<hr/>					
Komponente B					
Glycerintri-					
acetat	15,0	15,0	15,0	15,0	15,0
Stickstoff	(a)	(a)	(a)	(a)	(a)
<hr/>					
Topfzeit bei					
RT, Min.	760	15	15	10	45
<hr/>					
Rohdichte des					
lufttrockenen					
Schaums					
(kg/m ³)	>500	ca.50	ca.50	ca.160	ca.200

(a) Einstellung des Stickstoffdrucks im Behälter B
auf 10 bar

	Beispiel	50	51	52	53	54
<hr/>						
	Komponente A					
	Natriumwasser-					
05	glas 37/40	200	200	200	200	200
	Emulgin 05	0,1	0,2	0,5	1,0	2,0
	Dichlordi-					
	fluormethan	30	30	30	30	30
<hr/>						
10	Komponente B					
	Glycerintri-					
	acetat	15	15	15	15	15
	Stickstoff	(a)	(a)	(a)	(a)	(a)
<hr/>						
15	Rohdichte d.					
	lufttrockenen					
	Schaums					
	(kg/m ³)	-	85	82	79	72
<hr/>						
20	Schaumbildung	-	+	+	+	+
<hr/>						
	Schaumstruktur	-	o	+	+	+
<hr/>						
25	(a) Einstellung des Stickstoffdrucks in Behälter B					
	auf 10 bar					

30

35

BAD ORIGINAL

Beispiel	55	56	57	58
<hr/>				
Komponente A				
Natriumwasser-				
05	glas 37/40	200	200	200
	Emulgin 05	3,0	4,0	5,0
	Dichlordi-			
	fluormethan	30	30	30
<hr/>				
10	Komponente B			
	Glycerintri-			
	acetat	15	15	15
	Stickstoff	(a)	(a)	(a)
<hr/>				
15	Rohdichte d.			
	lufttrockenen			
	Schaums			
	(kg/m ³)	56	53	49
				55 (b)
<hr/>				
20	Schaumbildung	+	+	+
	Schaumstruktur	+	+	+
<hr/>				
25	(a) Einstellung des Stickstoffdrucks in Behälter B			
	auf 10 bar			
	(b) starker Festigkeitsabfall des Schaums, wird			
	bröselig			

30

35

Beispiele 59 - 64

Komponente A

- 200,0 g Na-Wasserglaslösung 37/40
05 5,0 g Emulgator (Lieferform)
50,0 g Dichlordifluormethan
bzw.
200,0 g Na-Wasserglaslösung 37/40
5,0 g Emulgator (Lieferform)
10 20,0 g Propan (Butan (35/65))

Komponente B

- 15,0 g Glycerintriacetat
1,2 g Stickstoff

15

Beispiel 59 60 61

Emulgator Emulgin02 Emulgin05 Elfanol510
Lieferform flüssig flüssig pastös

20

Treibmittel

CCl_2F_2 :

- Schaumbildg. + + +
Schaumstabil. +++ +++ +++
25 Schaumstrukt. + + -

Treibmittel

Propan/Butan:

- Schaumbildg. + + +
30 Schaumstabil. +++ + ++
Schaumstrukt. + + +

35

BAD ORIGINAL

Patentanmeldung

D 6546

00 10 00

- 21 - 25

3244523

HENKEL KGaA
ZR-FE/Patente

	Beispiel	62	63	64
	Emulgator	DehyquartC	Dehyquart DAM	Dehyquart LT
	Lieferform	pastös	pastös	flüssig
05	Treibmittel			
	CCl ₂ F ₂			
	Schaumbildung	-	+	+
	Schaumstabil.		+	++
10	Schaumstruktur		-	+
	Treibmittel			
	Propan/Butan			
	Schaumbildung	+	+	+
15	Schaumstabil.	++	+	++
	Schaumstruktur	-	-	+
20				
25				
30				
35				

BEST AVAILABLE COPY

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.

THE PAINE BELLEVUE DISTRICT